



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

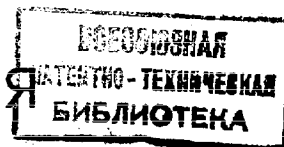
(19) **SU** (11) **1787589 A1**

(51)5 В 07 С 5/342, 5/346

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО СССР
(ГОСПАТЕНТ СССР)

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



1

(21) 4872020/12

(22) 10.10.90

(46) 15.01.93. Бюл. № 2

(71) Ленинградский горный институт им.
Г.В.Плеханова

(72) Н.Б.Решетняк и Л.К.Горшков

(56) Новиков Н.В. и др. Физические свойства алмаза. Киев: Наукова думка, 1987, с.188.

(54) СПОСОБ КОНТРОЛЯ И СОРТИРОВКИ
КРИСТАЛЛОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМА-
ЗА

(57) Сущность изобретения: способ контро-
ля и сортировки кристаллов синтетического
алмаза, предусматривающий отбор кри-
сталлов без видимых физических дефектов
и в установленном диапазоне крупности,
воздействие на каждый кристалл выделен-
ной среди них контрольной партии кристал-

2

лов разрушающим усилием с последующим
его измерением, определение предельного
уровня прочности и сортировки кристаллов
по результатам сравнения с ним, перед от-
бором контрольной партии все кристаллы
облучают монохроматическим излучением,
регистрируют индуцированную полосу ком-
бинационного рассеяния с диапазоном зна-
чений $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосу
фотолюминесценции на длине волны $690 \pm$
 10 нм , измеряют интенсивности пика поло-
сы комбинационного рассеяния и интенсив-
ность фотолюминесценции на длине волны
 690 нм , вычисляют значения отношений ука-
занных интенсивностей и осуществляют от-
бор по величинам этих значений,
соответствующих предельному уровню
прочности. 1 табл.

Изобретение относится к области буро-
вой, металло- и камнеобрабатывающей тех-
ники, где используются инструменты,
оснащенные природными и синтетическими
алмазами, а также может быть использовано
в кристаллооптике и ювелирном произ-
водстве.

Известен неразрушающий способ оцен-
ки прочностных свойств алмазов, основан-
ный на измерении концентрации оптически
активных азотных дефектов А, В1 и В2, ко-
торые, как показывает практика, наиболее
сильно влияют на прочность алмазов. Одна-
ко для кристаллов синтетического алмаза
этот способ неэффективен, так как указан-
ные выше дефекты присущи только природ-
ным кристаллам.

Наиболее близким к изобретению явля-
ется способ сортировки синтетических ал-
мазов по прочности путем отбора
кристаллов определенного диапазона круп-
ности, основанный на разрушении конт-
рольной партии кристаллов из числа
отобранных, измерении разрушающей на-
грузки, вычислении среднего арифметиче-
ского из полученных значений и оценке по
этому среднему прочностных свойств всей
оставшейся партии кристаллов алмазов.

Недостатком этого способа являются
необходимость разрушать значительное ко-
личество (до 10%) кристаллов в партии, что
приводит к значительным потерям дефицит-
ного алмазного сырья, а также низкие эф-
фективность и качество сортировки,
обусловленные большим объемом ручной

(19) **SU** (11) **1787589 A1**

работы. Кроме того, этот способ не может быть использован для улучшения качественных показателей сырья за счет отбора наиболее высокопрочных кристаллов.

Целью изобретения является повышение качества контроля и сортировки кристаллов синтетического алмаза по прочности.

На фиг.1 показаны спектры монохроматического (лазерного) вторичного свечения, то есть полосы комбинационного рассеяния (КР) и фотолуминесценции (ФЛ), зарегистрированные от линий возбуждения 514,5 нм для синтетических алмазов АС-100 с различными разрушающими нагрузками: 265,3 Н (а) и 50,4 Н (б); на фиг.2 изображена графически корреляционная зависимость отношений пиков интенсивности I_2 полосы ФЛ на длине волны 690 нм и интенсивности I_1 полосы КР с частотой $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$, то есть $I_2/I_1 = K$, где K — безразмерный параметр, зависящий от величины разрушающей нагрузки для испытуемых кристаллов алмаза АС-100 (цифрами отмечены номера образцов кристаллов, испытанных в приведенном примере осуществления способа).

Из предназначенных для сортировки и контроля прочности кристаллов синтетического алмаза, отобранных по установленным диапазонам крупности без видимых физических дефектов, выделяют контрольную партию кристаллов, которые должны пройти воздействие разрушающей нагрузкой с измерением уровня прочности на одноосное сжатие. Перед этим все кристаллы, включая и контрольную партию, облучают монохроматическим (лазерным) излучением и регистрируют индуцированную полосу КР с диапазоном значений $1300 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосу ФЛ на длине волны $690 \pm 10 \text{ нм}$, затем измеряют интенсивность пика КР и интенсивность ФЛ на длине волны 690 нм, вычисляют значение отношений указанных интенсивностей, определяют параметр K и осуществляют отбор кристаллов по величинам отношений интенсивностей КР и ФЛ, соответствующим предельным уровням прочности, используя предварительно построенную корреляционную зависимость.

Способ основан на обнаруженной у кристаллов синтетического алмаза обратной корреляции прочности на одноосное сжатие с интенсивностью полосы ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$. Появление красной полосы ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$ связано с неазотными дефектами кристаллической решетки алмаза, которые в значительной мере определяют его прочность. Однако, при сравнении абсолютной интенсивности ФЛ возникают ошибки, обуслов-

ленные сложностью учета ряда трудноконтролируемых факторов (характера поверхности образцов, их формы, цвета, размеров, качества юстировки оптики и т.п.).

Для предупреждения этих ошибок абсолютные измерения заменяют относительными, используя в качестве реперной линию пика полосы КР в диапазоне $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$, которая высвечивается в процессе отклика кристалла на монохроматическое возбуждение наряду с ФЛ. С этой целью и вводится безразмерный параметр K , отмеченный выше.

Способ реализуется следующим образом.

С помощью сил отбирают для испытаний кристаллы алмазов определенных диапазонов крупности. Отобранные кристаллы без какой-либо предварительной обработки помещают один за другим перед входной щелью спектрометра и освещают сфокусированным на любой линии возбуждения пучком монохроматического излучения, например, лазерного, в ультрафиолетовой или видимой области.

Попадание кристалла в фокус луча контролируется по возникновению яркого блика рассеянного излучения. Сигнал вторичного свечения (КР + ФЛ) регистрируют с помощью спектрометра КР, например, типа ДФС производства ЛОМО. При этом вместо записи полного спектра можно ограничиться регистрацией узких участков спектра вблизи максимума полосы КР $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосы ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$, чего достаточно для измерения их интенсивностей (I_1 и I_2). Далее определяют параметр K и сортируют кристаллы по прочности.

Пр и м е р. Следует произвести сортировку некоторой партии кристаллов синтетического алмаза АС-100 в количестве 17 образцов по прочности таким образом, чтобы выделить две группы кристаллов с прочностью выше 100 Н и ниже 100 Н, так как по паспорту у этих кристаллов средний показатель прочности на одноосное сжатие составляет в среднем 100 Н.

Исследуемые кристаллы последовательно помещают перед входной щелью спектрометра КР типа RT1-30 фирмы "Дилор" (Франция) и облучают монохроматической линией Ar^+ лазера с длиной волны 514,5 нм (модель 164-06 фирмы "Спектра" Физикс") мощностью 100 мВт. Сигналы вторичного свечения, включающего спектр КР $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосу ФЛ $690 \pm 10 \text{ нм}$, регистрируют на ленте самописца с помощью охлаждаемого фотоусилителя ФЭУ типа S-20 в режиме постоянного тока. По полученным

данным рассчитывают параметр К. Далее обращаются к предварительно построенной для контрольной партии кристаллов, прошедших разрушающие испытания на прочность, кривой зависимости параметра К от величины разрушающей нагрузки, откуда следует, что требуемый показатель прочности, равный или больший 100 Н, обеспечивается для кристаллов, у которых $K \leq 0,3$, то есть для образцов №№ 1, 3-6, 9, 11, 12, 16 (всего 9 кристаллов). У остальных кристаллов предполагается прочность ниже 100 Н.

Для контроля правильности измерений прочности производят прямые разрушающие испытания всех 17 кристаллов на динамометре Да-2А (см. таблицу). Как показывают результаты разрушающих испытаний, в группу из 9 кристаллов, где предполагалась прочность, равная или большая 100 Н, попал всего один кристалл с прочностью менее 100 Н (образец № 16 с прочностью 70,1 Н), что свидетельствует о достаточно высокой точности и надежности контроля качества и сортировки синтетических алмазов рассматриваемым способом.

Таким образом, показано, что изобретение пригодно для эффективной сортировки и контроля качества кристаллов синтетического алмаза по прочности. При этом коэффициент корреляции для 17 испытуемых кристаллов, связывающий параметр К с разрушающей нагрузкой, в приведенном примере составил 0,64, что подтверждает наличие корреляционной связи между названными величинами.

Применение изобретения повышает эффективность и качество сортировки син-

тетических алмазов, обеспечивает надежность и объективность получаемых результатов, способствует улучшению технологических качеств алмазного сырья за счет выделения наиболее высокопрочных кристаллов и снижению потерь алмазов при разрушающих испытаниях. Все это создает основу для улучшения технико-экономических показателей алмазного бурения, металло- и камнеобработки.

Формула изобретения

Способ контроля и сортировки кристаллов синтетического алмаза, предусматривающий отбор кристаллов без видимых физических дефектов и в установленном диапазоне крупности, воздействие на каждый кристалл выделенной среди них контрольной партии кристаллов разрушающим усилием с последующим его измерением, определение предельного уровня прочности и сортировку кристаллов, отличающийся тем, что, с целью повышения качества сортировки, перед отбором контрольной партии все кристаллы облучают монохроматическим излучением, регистрируют индуцированную полосу комбинационного рассеяния с диапазоном значений $1330 \pm 3 \text{ см}^{-1}$ и полосу фотolumинесценции на длине волны $690 \pm 10 \text{ нм}$, измеряют интенсивности пика полосы комбинационного рассеяния и интенсивность фотolumинесценции на длине волны 690 нм, вычисляют значения отношений указанных интенсивностей и осуществляют отбор по величинам этих значений, соответствующим предельному уровню прочности.

№№ образцов	Параметр К	Разрушающая нагрузка, Н
1	0,28	146,7
2	0,40	92,5
3	0,09	265,3
4	0,10	243,6
5	0,08	178,1
6	0,07	100,1
7	0,34	95,5
8	0,35	62,9
9	0,01	149,6
10	0,38	159,6
11	0,14	216,1
12	0,33	260,6
13	0,38	135,7
14	0,45	50,4
15	0,67	24,8
16	0,26	70,1
17	0,74	49,6